

①⑨ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑪ **DE 3831261 A1**

②① Aktenzeichen: P 38 31 261.1  
②② Anmeldetag: 14. 9. 88  
②③ Offenlegungstag: 15. 3. 90

⑤① Int. Cl. 5:  
**C08L 33/02**

C 08 F 2/44  
C 08 K 3/28  
C 08 K 5/21  
C 08 J 9/06  
C 08 F 8/44  
C 08 F 20/06  
A 61 F 13/15  
A 61 F 13/15  
// C08J 3/24,  
C09K 17/00,  
C05G 3/04,  
A61F 13/15

DE 3831261 A1

⑦① Anmelder:

Lentia GmbH Chem. u. pharm. Erzeugnisse -  
Industriebedarf, 8000 München, DE

⑦② Erfinder:

Scholz, Ulrich, Dr., 8000 München, DE; Ritzberger,  
Klaus, Alkoven, AT

⑤⑤ Für die Beurteilung der Patentfähigkeit  
in Betracht zu ziehende Druckschriften:

DE-PS 31 29 515  
DE-PS 31 24 980  
DE-PS 23 30 644  
DE-AS 11 58 713  
DE-OS 32 34 664  
DE-OS 27 26 260  
DE 20 29 296 A1  
CH 3 90 839  
GB 10 45 229  
US 46 49 164  
US 45 29 739

⑤④ Verfahren zur Herstellung von flüssigkeitsabsorbierenden Acrylharzen

Verfahren zur Herstellung von flüssigkeitsabsorbierenden, vernetzten Acrylharzen durch Polymerisation einer zu 60 bis 100% neutralisierten Lösung der Monomeren, wobei zusätzlich entweder vor oder nach der Polymerisation, jedoch vor der Trocknung, ein N-hältiges, thermisch zersetzbare Treibmittel zur Erhöhung des Neutralisationsgrades auf 102 bis 140% zugesetzt wird.

DE 3831261 A1

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von flüssigkeitsabsorbierenden, vernetzten Acrylharzen unter Verwendung von thermisch zersetzlichen, N-hältigen Treibmitteln.

- 5 Flüssigkeitsabsorbierende Acrylharze kommen, vorwiegend für saugfähige Windel und Hygieneartikel, als Trocknungs- und Wasserrückhaltemittel sowie in der Landwirtschaft als Bodenverbesserungsmittel vor allem in Trockengebieten zum Einsatz. Ihre Herstellung ist bereits in der EP-A-206 808, EP-A-207 714 oder US 46 77 174 durch Polymerisation von Acrylsäure, die zu 70 bis 100% neutralisiert ist, gemeinsam mit einem Polyvinylmonomer als Vernetzer, sowie unter Zusatz eines Polymerisationsinitiators beschrieben. Ein Trocknen des erhaltenen  
10 Acrylharzes, das im allgemeinen nur sehr schwierig möglich ist, ist bei diesem Verfahren nicht notwendig. Allerdings ist damit der Nachteil eines relativ hohen Restwassergehaltes sowie Restmonomeregehaltes verbunden.

- Von flüssigkeitsabsorbierenden Acrylharzen wird neben einer hohen Flüssigkeitsaufnahmekapazität auch eine hohe Quellgeschwindigkeit gefordert. Andererseits tritt jedoch bei zu hoher Quellgeschwindigkeit, vor allem an der Oberfläche der Harzteilechen, der unerwünschte Effekt des "Gel-Blocking" auf, bei dem die an der Oberfläche zu stark aufgequollenen Harzteilechen eine Sperre für die weitere zu absorbierende Flüssigkeit bilden, und so eine weitere Absorption von Flüssigkeit nur mehr langsam bzw. gar nicht mehr möglich ist. Es wäre deshalb wünschenswert, flüssigkeitsabsorbierende Harze mit definierter und einstellbarer Quellgeschwindigkeit herstellen zu können.

- 20 Diese Aufgabe konnte überraschenderweise dadurch gelöst werden, daß bei der Herstellung des Acrylharzes thermisch zersetzliche, N-hältige Treibmittel zugesetzt werden, die während des Trockenprozesses Gase abspalten und dadurch ein sehr lockeres und gut mahlbares Acrylharz ergeben.

- Gegenstand der Erfindung ist demnach ein Verfahren zur Herstellung von flüssigkeitsabsorbierenden, vernetzten Acrylpolymeren, das dadurch gekennzeichnet ist, daß man eine gegebenenfalls weitere Comonomere enthaltende, wäßrige Lösung von Acrylsäure oder Methacrylsäure oder von einem Gemisch beider, mit NaOH, KOH oder NH<sub>3</sub> bis zu einem Neutralisationsgrad von 60 bis 100% neutralisiert und unter Zusatz eines Vernetzers und eines Polymerisationsinitiators polymerisiert, das erhaltene Polymer trocknet und zerkleinert, wobei entweder vor oder nach der Polymerisation, jedoch nach der 60 bis 100%igen Neutralisation und vor der Trocknung, ein N-hältiges Treibmittel, das sich während der Trocknung bei 80 bis 250°C unter Gasbildung zersetzt oder sublimiert, in einer Menge zugesetzt wird, die einer Erhöhung des Neutralisationsgrades auf 102 bis 140% entspricht.

- Neben Acrylsäure oder Methacrylsäure können als weitere Monomere alle in der Acrylharzchemie bekannten ungesättigten Verbindungen, wie z. B. Acrylnitril, Methacrylnitril, Acrylamid, Methacrylamid, Maleinsäure, Fumarsäure, Itaconsäure, Vinylsulfonsäure, Vinylpyridiniumsalze oder Vinylpyrrolidon verwendet werden.

- 35 Als Vernetzer kommen in der Acrylharzchemie bekannte, mehrfach ungesättigte Verbindungen, wie sie beispielsweise in der EP-A-207 714, EP-A-233 014 oder DE-OS 36 09 545 beschrieben sind, z. B. N,N'-Methylenbisacrylamid, N,N'-Methylenbismethacrylamid, Divinylbenzol, Allylacrylat, Dialkylphthalat, Glykoldiacrylat oder Tris-Acryloylperhydro-s-triazin (TAT), in Frage. Drei- und mehrfach ungesättigte Verbindungen, wie z. B. TAT, werden dabei bevorzugt verwendet. Üblicherweise werden etwa 0,05 bis 1 Mol-% des Vernetzers, bezogen auf die Gesamtmenge der Monomeren, eingesetzt.

- 40 Als N-hältige Treibmittel eignen sich alle Verbindungen, die sich bei den Trocknungsbedingungen, das ist bei Temperaturen von 80 bis 250°C, unter Gasbildung zersetzen bzw. sublimieren. Dies sind vor allem Ammoniumsalze, beispielsweise Ammonium-carbonat, -hydrogencarbonat, -carbaminat, -formiat, -acetat, -propionat, -butyrat, -benzoat, -salicylat, -cyanid, -rhodanid, -sulfid, -hydrogensulfid, -sulfonat, -fluorid, Ammoniumsalze von höheren Fettsäuren sowie Harnstoff. Der Wasserstoff der Ammoniumgruppen kann dabei ein- oder mehrfach durch Alkylreste mit 1 bis 4 C-Atomen substituiert sein. Ein bevorzugtes Treibmittel ist Ammoniumcarbonat. Das in den Beispielen teilweise verwendete Ammoniumcarbaminat bildet beim Erhitzen in wäßriger Lösung gleichfalls Ammoniumcarbonat.

- Es hat sich überraschenderweise gezeigt, daß der Treibmittelgehalt des polymerisierten, noch nicht getrockneten Acrylharzgels ein wesentlicher Faktor für die Quellgeschwindigkeit des getrockneten und gemahlten Acrylharzes ist. Je höher der Gehalt an Treibmittel, desto größer ist die Quellgeschwindigkeit. Demnach ist es möglich, die geforderte Quellgeschwindigkeit durch entsprechend hohe Treibmittelzugabe bei der Herstellung des Acrylharzes gezielt zu steuern. Bevorzugt wird das Treibmittel in einer solchen Menge zugesetzt, die einer Erhöhung des Neutralisationsgrades auf 105 bis 130%, also einem Überschuß von 5 bis 30 Neutralisationsäquivalenten nach der vollständigen Neutralisation der Monomerlösung bzw. des Polymergels, entspricht.

- 55 Die Neutralisation mit NaOH, KOH oder NH<sub>3</sub> in der ersten Stufe erfolgt bevorzugt bis zu einem Neutralisationsgrad von 75 bis 95%.

- Die Herstellung der erfindungsgemäßen Acrylpolymeren erfolgt beispielsweise durch Mischen der wäßrigen Monomerlösungen und des Vernetzers, Neutralisation mit NaOH, KOH oder NH<sub>3</sub> bis zu einem Neutralisationsgrad von 60 bis 100% und anschließende Zugabe des Treibmittels bei Temperaturen von etwa 15 bis 60°C. Die Mischung wird anschließend beispielsweise mit Stickstoff gespült und die Polymerisation durch Zugabe eines Polymerisationsinitiators bei Temperaturen von etwa 5 bis 35°C gestartet. Als Polymerisationsinitiatoren eignen sich die aus der wäßrigen Acrylharzchemie bekannten, beispielsweise in der EP-A-207 714 oder DE-OS 36 09 545 beschriebenen Verbindungen, wie z. B. Dibenzoylperoxid, Dilaurylperoxid, Dicyclohexylperoxydicarbonat, Ammoniumpersulfat, Ammoniumperoxydisulfat mit Natriumdisulfat als Katalysator und 2,2-Azo-bis(2-amidinopropan)hydrochlorid (V-50 von Wako, Japan). Die Polymerisation startet ohne weitere Wärmezufuhr unter Temperaturanstieg und ist nach etwa 30 bis 300 Minuten nach Erreichen eines Temperaturmaximums von etwa 60 bis 110°C beendet. Das entstandene Gel wird anschließend bei Temperaturen von etwa 80 bis 250°C

bei Normaldruck bzw. im Vakuum getrocknet und gemahlen. Aus dem nach der Mahlung vorliegenden flitterartigen bzw. plättchenförmigen Pulver wird ein bevorzugter Korngrößenbereich von etwa 0,06 bis 1 mm ausgesiebt. Bei einer anderen möglichen Herstellungsmethode wird das Treibmittel der nach der Polymerisation entstandenen gelartigen Masse nach Zerkleinerung unter Rühren zugesetzt und das Produkt anschließend getrocknet und gemahlen.

Aufgrund des sich bei der Trocknung zersetzenden bzw. sublimierenden Treibmittels entsteht aus dem Polymergel bei der Trocknung ein fester, großblasiger Polymerschäum, der nach dem Mahlen und Sieben ein plättchenförmiges Pulver mit hoher und steuerbarer Quellgeschwindigkeit liefert, das beim Aufquellen kein Verkleben bzw. kein Gel-Blocking zeigt. Das erfindungsgemäße Acrylharz zeigt in Kontakt mit Körperflüssigkeiten einen etwa neutralen pH-Wert und weist demnach eine gute Hautverträglichkeit auf.

Ein weiterer Vorteil der Verwendung des Treibmittels ist, daß der nach der Polymerisation erhaltene Gelblock nur geringfügig in etwa 2 bis 10 cm große Brocken zerkleinert werden muß, da durch das sich während der Trocknung aufblähende Produkt immer wieder neue Grenzflächen für den Wärmeübergang geschaffen werden, die den Trocknungsvorgang im Vergleich zu einem nicht expandierenden Produkt in hohem Maße erleichtern und verkürzen bzw. erst ermöglichen. Gleichzeitig ist es dabei möglich, Polymerharze mit geringem Restmonomergehalt und geringem Wassergehalt zu erhalten.

#### Beispiel 1

In einem thermostatisierbaren Reaktionsbehälter wurden 950 ml Wasser vorgelegt und darin unter Rühren bei Raumtemperatur 300 g Acrylsäure, 127,2 g NaOH und 115 mg Tris-Acryloylperhydro-s-triazin (TAT) (0,071 Mol-%) gelöst. Der Neutralisationsgrad lag bei 75%. Anschließend wurden 50 g Ammoniumcarbaminat zugesetzt, wodurch der Neutralisationsgrad der Lösung auf 106% erhöht wurde.

Die Mischung wurde sodann in einen isolierten Reaktionsbehälter abgelassen, eine Stunde mit Stickstoff gespült und die Polymerisation bei 20°C durch Zugabe von 234 mg  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ , 117 mg  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$  und 169 mg Azobis(2-amidinopropan)hydrochlorid (V-50 von Wako, Japan), die in je 1 ml Wasser gelöst waren, gestartet. Während der Polymerisation wurde ein schwacher Stickstoffstrom über das Reaktionsgut geblasen. Die Polymerisation war mit einem Temperaturanstieg auf 80°C verbunden und wurde nach 99 Minuten beendet.

Teile des erhaltenen Gelblockes wurden auf folgende Art getrocknet:

- a) 80°C, 24 h, Normaldruck, Umlufttrockenschrank
- b) 150°C, 24 h, Normaldruck, Umlufttrockenschrank
- c) 180°C, 4 h, Normaldruck, Umlufttrockenschrank
- d) 250°C, 2 h, Normaldruck, Umlufttrockenschrank
- e) 150°C, 5 h, 20 mbar
- f) 150°C, 6 h, 20 mbar und 80°C, 16 h, Normaldruck

Die getrockneten Fraktionen wurden auf einer Hammerschlagmühle gemahlen und die Kornfraktion von 0,25 bis 0,71 mm ausgesiebt.

Die erhaltenen Acrylharze wurden auf Quellvolumen, Quellmasse, Quellgeschwindigkeit, Feststoffgehalt, pH-Wert und Restmonomergehalt getestet. Die erhaltenen Werte sind in Tabelle 2 zusammengestellt.

#### Beispiele 2 bis 15

Analog zu Beispiel 1 wurden Acrylharze hergestellt, wobei jedoch, wie in Tabelle 1 zusammengestellt, Art und Menge des Treibmittels, die Neutralisationsgrade vor (Neutr. Grad I) und nach (Neutr. Grad II) der Treibmittelzugabe, sowie die Menge des eingesetzten Wassers variiert wurden. In Beispiel 9 wurden außerdem an Stelle von 115 mg TAT 600 mg TAT (0,15 Mol-%) verwendet und kein V-50 zugesetzt. In Beispiel 12 wurde an Stelle von 0,071 Mol-% TAT 0,071 Mol-% Methylenbisacrylamid (MBA) als Vernetzer verwendet. Weiter sind in Tabelle 1 der pH-Wert der Lösung vor (pH I) und nach (pH II) der Treibmittelzugabe, sowie die Polymerisationszeit ( $t_R$ ) angeführt.

Folgende Treibmittel wurden verwendet:

Ammoniumcarbaminat $\text{NH}_2\text{COONH}_4$	ACa
Ammoniumcarbonat $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$	AC
Harnstoff	H
Triethylammoniumcarbonat $(\text{N}(\text{Et}_3)\text{H})_2\text{CO}_3$	TC
Ammoniumbenzoat	AB
Ammoniumacetat	AA

Die Eigenschaften der erhaltenen Acrylharze sind in Tabelle 2 zusammengestellt.

#### Beispiel 16

Analog zu Beispiel 1 wurde eine Acrylharz hergestellt, wobei jedoch das Treibmittel nicht vor der Polymerisation, sondern erst nach der Polymerisation und Zerkleinerung des erhaltenen Gelblockes zu etwa 10–20 mm großen Würfeln in Form von 92 g Ammoniumcarbonat als 30%ige wäßrige Lösung zugesetzt wurde, die bei

Raumtemperatur während 16 Stunden in das Gel eindiffundierte. Anschließend wurde das Acrylharz bei 150°C und 20 mbar während 5 Stunden im Vakuumtrockenschrank getrocknet.

Die Herstellparameter sind in Tabelle 1, die Eigenschaften des erhaltenen Acrylharzes in Tabelle 2 angegeben.

#### Beispiel 17

In einem thermostatisierbaren Reaktionsbehälter wurden 883 ml Wasser vorgelegt und darin unter Rühren 358 g Methacrylsäure, 127,2 g NaOH und 600 mg TAT (0,15 Mol-%) gelöst. Anschließend wurden 75 g Ammoniumcarbonat zugesetzt, wodurch der Neutralisationsgrad der Lösung von 75 (Neutr. Grad I) auf 115% (Neutr. Grad II) erhöht wurde. Die Lösung wurde anschließend analog zu Beispiel 1 polymerisiert und das erhaltene Methacrylsäureharz während 5 Stunden bei 150°C und 20 mbar im Vakuumtrockenschrank getrocknet.

Die Herstellparameter sind in Tabelle 1, die Eigenschaften des Harzes in Tabelle 2 angeführt.

#### Vergleichsbeispiel V18

Analog zu Beispiel 1 wurde ein Acrylharz hergestellt, jedoch mit dem Unterschied, daß kein Treibmittel zugesetzt wurde.

Die Herstellparameter sind in Tabelle 1, die Eigenschaften des erhaltenen Acrylharzes in Tabelle 2 angegeben.

Die in Tabelle 2 angegebenen Eigenschaften der Acrylharze wurden nach folgenden Methoden gemessen:

#### Quellvolumen, Quellmasse, pH-Wert

1 g des Acrylharzes wurden in einen 100 ml Meßzylinder, in dem sich 100 ml synthetischer Urin (20 g Harnstoff, 8,2 g NaCl, 0,85 g  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , 1,14 g  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , 1000 g  $\text{H}_2\text{O}$ ) befanden, langsam eingestreut. Das Quellvolumen ist das Gewicht des gequollenen Harzes in g, nachdem der Inhalt des Meßzylinders auf ein Sieb ausgeleert und die überstehende Flüssigkeit während 25 Minuten ablaufen und abtropfen gelassen wurde.

Der pH-Wert wurde an der überstehenden Flüssigkeit nach vollständiger Quellung des Harzes gemessen.

#### Quellgeschwindigkeit (Messung gemäß DE-OS...)

Eine einseitig klebende Kaschierfolie wurde mit einem Glasrahmen abgedeckt, der innen eine quadratische Fläche mit einer Seitenlänge von 10 cm freiließe, auf die im Abstand von 8 cm 2 parallele, 5 cm lange Silberdrähte, die mit einem Leitfähigkeitsmeßgerät verbunden waren, gesetzt wurden. Auf die quadratische Fläche wurden 1 g des Acrylharzes gleichmäßig gestreut und das Acrylharz anschließend aus einer Pipette mit 25 ml einer 0,9%igen NaCl-Lösung gleichmäßig benetzt. Der Quellvorgang wurde mittels Leitfähigkeitsmessung verfolgt. Nach Zugabe der NaCl-Lösung stieg die Leitfähigkeit bis zu einem Maximalwert, der dem Endpunkt des Quellvorganges entsprach. Die Quellgeschwindigkeit wurde als Zeit in sec von der Zugabe der NaCl-Lösung bis zum Erreichen des Leitfähigkeitsmaximums angegeben. Eine hohe Quellgeschwindigkeit entspricht demnach einer kurzen Quellzeit.

#### Feststoffgehalt

Das Acrylharz wurde gemahlen und zur Entfernung des Restwassergehalts im Trockenschrank bei 120°C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet.

#### Restmonomergehalt

Die Bestimmung erfolgte durch Extraktion der Acrylsäure mittels eines Methanol-Wasser-Gemisches, Umsetzung der Acrylsäure mittels Diazomethan zu Pyrazolin gemäß Analytical Chemistry Vol. 40 (8), S. 1347—1349 und gaschromatographische Bestimmung des Pyrazolins mit einer Carbowax-Magapore 20M-Säule (Alkaliionisationsdetektor).

# DE 38 31 261 A1

Tabelle 1

## Polymerisation der Acrylharze

Beispiel	Neutr.- grad I (%)	Treibmittel Art	Menge (g)	Neutr.- grad II (%)	Wasser (ml)	pH I	pH II	t <sub>R</sub> (min)
1	75	ACa	50	106	950	5,0	8,3	99
2	75	ACa	62,5	113	950	5,0	8,8	67
3	75	ACa	75	121	950	5,0	8,9	57
4	75	AC	92	121	933	5,0	8,4	86
5	75	AC	106,1	128	925	5,0	8,9	71
6	75	AC	120,2	135	922	5,0	9,0	54
7	75	H	48,4	113	950	5,0	5,4	272
8	75	H	57,7	121	950	5,0	5,4	272
9	75	TC	254,1	121	1357	5,0	10	
10	75	AB	150,5	121	950	5,0	8,2	143
11	75	AA	74,2	121	950	5,0	5,2	253
12	75	ACa	75	121	950	5,0	8,8	253
13	80	ACa	75	126	955	5,3	9,0	47
14	85	ACa	75	131	965	5,4	9,1	52
15	90	ACa	75	136	970	5,5	9,2	52
16	75	AC	92	121	950	5,0	—	52
17*)	75	AC	75	115	883	5,7	9,0	
V18	75	—	—	—	950	5,0	—	253

\*) Polymerisation von Methacrylsäure

Tabelle 2

## Eigenschaften der Acrylharze

5	Beispiel	Trocknungs- art	Quellvolumen (ml/g)	Quellmasse (g/g)	Quellgeschw. (sec.)	Feststoff (%)	Restmonomer (ppm)	pH
10	1	a	83	65,0	162	90,0		
		b	93	65,0	198	99,4	130	
		c	94	68,0	163	98,6		
		d	77	63,0	118	99,2	710	
		e	76	57,0	108	98,0	930	7,0
15	2	a	85	66,0	180	91,7		
		b	95	67,0	174	99,4	210	
		c	90	69,0	146	98,8		
		d	55	51,0	90	99,4	510	
		e	70	52,0	96	98,4	800	6,8
20	3	a	83	67,0	192	90,3		
		b	96	69,0	204	99,5	260	
		c	86	66,0	144	99,1		
		d	55	48,0	84	99,4	260	
		e	58	49,0	66	99,2	840	7,0
	4	e	67	55,0	65	97,7		
25	5	e	65	43,0	60	97,5	185	
	6	e	68	53,0	126	98,5	225	
	7	e	84	61,3	181	84,2		
	8	e	77	57,3	128	96,4		
	9	f	44	37,0	113			
30	10	f	46	36,0	87	95,0		
	11	f	72	52,0	114	91,0		
	12	f	72	70,3	60			
	13	f	59	44,2	60			
	14	f	62	48,6	54			
35	15	f	80	61,0	177	93,2		
	16	e	73	54,7	150	97,7		
	17*)	e	30	21,0	66	97,4	6,8	
	V18	e	60	52,4	42	92,4	935	5,8

\*) Methacrylsäureharz

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von flüssigkeitsabsorbierenden, vernetzten Acrylpolymeren, **dadurch gekennzeichnet**, daß man eine gegebenenfalls weitere Comonomere enthaltende, wäßrige Lösung von Acrylsäure oder Methacrylsäure oder von einem Gemisch beider, mit NaOH, KOH oder NH<sub>3</sub> bis zu einem Neutralisationsgrad von 60 bis 100% neutralisiert und unter Zusatz eines Vernetzers und eines Polymerisationsinitiators polymerisiert, das erhaltene Polymer trocknet und zerkleinert, wobei entweder vor oder nach der Polymerisation, jedoch nach der 60- bis 100%igen Neutralisation und vor der Trocknung, ein N-hältiges Treibmittel, das sich während der Trocknung bei 80 bis 250°C unter Gasbildung zersetzt oder sublimiert, in einer Menge zugesetzt wird, die einer Erhöhung des Neutralisationsgrades auf 102 bis 140% entspricht.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als N-hältiges Treibmittel Harnstoff oder ein Ammoniumsalz verwendet wird.

3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß als N-hältiges Treibmittel Ammoncarbonat verwendet wird.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß das N-hältige Treibmittel der bis zu einem Neutralisationsgrad von 60 bis 100% neutralisierten Monomerlösung vor der Polymerisation zugesetzt wird.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß mit NaOH, KOH oder NH<sub>3</sub> bis zu einem Neutralisationsgrad von 75 bis 95% neutralisiert wird.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß das N-hältige Treibmittel in einer Menge zugesetzt wird, die einer Erhöhung des Neutralisationsgrades auf 105 bis 130% entspricht.

de3831261/pn

L2 ANSWER 1 OF 1 WPINDEX COPYRIGHT 2004 THOMSON DERWENT on STN

ACCESSION NUMBER: 1990-084517 [12] WPINDEX

DOC. NO. NON-CPI: N1990-065211

DOC. NO. CPI: C1990-037030

TITLE: Liq.-absorbing acrylic resins prodn. - by adding n-contg. blowing agent to neutralised (meth)acrylic acid soln., polymerising, drying and pulverising polymer.

DERWENT CLASS: A14 A60 A96 D22 E35 P32

INVENTOR(S): RITZBERGER, K; SCHOLZ, U

PATENT ASSIGNEE(S): (OSTS) LENTIA GMBH

COUNTRY COUNT: 1

PATENT INFORMATION:

PATENT NO	KIND	DATE	WEEK	LA	PG	MAIN	IPC
DE 3831261	A	19900315	(199012)*		6		<--

APPLICATION DETAILS:

PATENT NO	KIND	APPLICATION	DATE
→ DE 3831261	A	DE 1988-3831261	19880914

PRIORITY APPLN. INFO: DE 1988-3831261 19880914

INT. PATENT CLASSIF.: A61F013-15; C05G003-04; C08F002-44; C08F008-44;

C08F020-06; C08J003-24; C08J009-06; C08K003-28;  
C08K005-23; C08L033-02; C09K017-00

BASIC ABSTRACT:

DE 3831261 A UPAB: 20010116

A process for the prodn. of liq.-absorbent, crosslinked acrylic polymers (I) comprises neutralising an aq. soln. of acrylic and/or methacrylic acid, opt. contg. other comonomers, with NaOH, KOH or ammonia to a degree of neutralisation of 60-100%, polymerising with addn. of a crosslinker and an initiator, and drying and pulverising the polymer; a N-contg. blowing agent (II), which decomposes or sublimates with evolution of gas during drying at 80-250 deg.C, is added before or after polymerisation but after neutralisation, in an amt. corresp. to an increase in the degree of neutralisation to 102-140%.

(II) is ammonium carbonate; (II) is added before polymerisation; initial degree of neutralisation is 75-95%, and amt. of (II) corresp. to raising this to 105-130%.

USE/ADVANTAGE - (I) are useful as absorbent materials for nappies and hygiene articles. Addn. of (II) enables prodn. of (I) with definite and adjustable rates of swelling (e.g., to prevent 'gel blocking').

Dwg.0/0

FILE SEGMENT: CPI GMPI

FIELD AVAILABILITY: AB; DCN

MANUAL CODES: CPI: A04-F04; A08-B03; A09-A; A12-V03A; D09-C02; D09-C03;  
D09-C06; E32-A04